

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 08-188518

(43)Date of publication of application : 23.07.1996

(51)Int.Cl.

A61K 7/02

A61K 7/00

A61K 7/032.

(21)Application number : 07-001441

(71)Applicant : MITSUBISHI PENCIL CO LTD

(22)Date of filing : 09.01.1995

(72)Inventor : AMI KAZUHIRO

(54) STICK-TYPE COSMETIC

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain a stick-type cosmetic exhibiting no oily feeling when applied to the skin, not getting soft even at elevated temperatures, coatable in a powdery fashion on the skin despite having adequate flexural strength, smooth in feeling, and suitable as a sole eyebrow pencil or a safe eyeliner while retaining adequate color tone.

CONSTITUTION: A composition essentially comprising 1-10wt.% of at least one kind selected from bentonite, smectite, montmorillonite, biederite, nontronite, hectorite and saponite, inorganic extender pigment and inorganic color pigment is first sintered at 300-1000° C to prepare inorganic powder without remaining any carbide. Secondly, a molded composition comprising the inorganic powder and water is dried and then heat-treated at 300-1000° C into a stick-type cosmetic with a porosity of 5-45%, the pores of which are then impregnated with a silicone oil, oil-and-fat or wax, thus obtaining the objective stick-type cosmetic.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

11.05.2001

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

3526939

[Date of registration]

27.02.2004

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平8-188518

(43) 公開日 平成8年(1996)7月23日

(51) Int.Cl. ⁶	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
A 6 1 K	7/02	N		
	7/00	P		
	7/032	W		

審査請求 未請求 請求項の数4 O L (全 7 頁)

(21) 出願番号 特願平7-1441

(22) 出願日 平成7年(1995)1月9日

(71) 出願人 000005957

三菱鉛筆株式会社

東京都品川区東大井5丁目23番37号

(72) 発明者 網 一弘

群馬県藤岡市立石1091番地 三菱鉛筆株式会社研究開発センター内

(74) 代理人 弁理士 藤本 博光 (外1名)

(54) 【発明の名称】 棒状化粧料

(57) 【要約】

【構成】 ベントナイト、スメクタイト、モンモリロナイト、ビーデライト、ノントロナイト、ヘクトライト及びサポナイトからなる群より選ばれた少なくとも1種を1～10重量%と、無機の体質顔料及び無機の着色顔料を必須成分とし、これら300～1,000℃の焼結により炭化物を全く残さない無機粉体及び水よりなる成形組成物を乾燥後、300～1,000℃で熱処理を施してなる気孔率が5～45%の棒状化粧料で、その細孔にシリコンオイル、油脂、ワックスを含浸する。

【効果】 肌に塗布して油っぽくなく、高温でも軟化せず、十分な曲げ強さを有しながら、肌へ塗布してパウダリーに付着し、滑らかであり、十分な色調を保ち安全性に富んだアイブロー、アイライナーなどに好適な棒状化粧料である。

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 ベントナイト、スメクタイト、モンモリロナイト、ビーデライト、ノントロナイト、ヘクトライト及びサポナイトからなる群より選ばれた少なくとも 1 種を 1～10 重量%と、無機の体質顔料及び無機の着色顔料を必須成分とし、これら 300～1,000℃の焼結により炭化物を全く残さない無機粉体及び水よりなる成形組成物を乾燥後 300～1,000℃で熱処理を施してなる棒状化粧料。

【請求項 2】 無機体質顔料としてカオリンを含む請求項 1 記載の棒状化粧料。

【請求項 3】 気孔率が 5～45%である請求項 1 又は 2 に記載の棒状化粧料。

【請求項 4】 請求項 1, 2, 3 の何れかに記載の棒状化粧料にシリコンオイル、油脂、炭化水素よりなる群より選んだ少なくとも 1 種を含む油脂又はワックス類を含浸させてなる棒状化粧料。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明はパウダリー（粉状になり易い）で、かつ使用性に優れ、充分な色調を有するアイブロー、アイライナーなどの固形棒状化粧料に関する。

【0002】

【従来の技術】 従来の固形棒状化粧料は、結合材として油脂、ロウ、脂肪酸、炭化水素等のワックス類と着色剤及び体質剤を混練し、棒状に成形して得られるが、肌に塗布すると油っぽく、高温の場所においてはワックス類が軟化するため、肌への塗布感に違和感があるばかりか、棒状化粧料の形状維持も困難となる。また使用の際には非常に折れ易く、十分な折れ強度を得るために、ワックス類を増加させると、棒状化粧料は硬くなり、肌への付着性、滑らかさが欠けてくる。このようにワックス類を結合材に使用した固形棒状化粧料では、ワックス類特有の油っぽさがあるため、パウダリーな（粉のようにさらさらした）使用感が得られず、また十分な折れ強度と良好な肌への塗布感を同時に満たすことは困難であった。

【0003】 そこで、ワックス類を使用せず、パウダリーな使用感をめざした棒状化粧料が研究されている。結合材に CMC（カルボキシメチルセルロース）等の水溶性の糊料を使用したもの（特開昭 59-44305 号公報）や、石膏を使用したもの（特開昭 59-93014 号公報）が提案されている。しかし、これらの結合材を使用した棒状化粧料では、結合材が極度に硬化してしまうため、肌への塗布感が非常に硬く、またアイブローやアイライナーなどの細いものにすると非常に折れ易く、十分な折れ強度を得るために結合剤の量を増加させると肌に全く塗布できないものとなる。すなわち、パウダリーな使用感を得るためにワックス類の代わりに CMC 等の水溶性の糊料や石膏を結合材に使用した棒状化粧料で

は十分な折れ強度と良好な塗布感を同時に満たすことは困難である。

【0004】 更にワックス類を使用せず、十分な折れ強度と良好な塗布感を同時に満たす棒状化粧料も研究されており、結合剤に粘土を使用し、粘土を焼結させたもの（特開昭 61-176513 号公報）、気孔形成材を使用し、より多孔質な焼結体にしたもの（特開昭 61-197507 号公報）が提案されている。

【0005】 特開昭 61-176513 号公報に開示された発明では、焼結処理を施すことにより多孔質の骨格を形成する粘土の焼結体中に、粉末状に分散含有された無機顔料を含有させた棒状化粧料であり、その多孔質とは、該公報の記載では、「気孔率は大きいほど使用時のタッチや塗布性が良くなる傾向にあり、また、気孔率が小さく緻密化すればするほど強度が大きくなる傾向にある。」とあり、結局該公報が開示しているのは気孔率が 50%～90%程度の焼結体である。即ち、粘土の焼結体では十分な折れ強度は得られるものの硬く、肌に塗布することは困難であるが、多孔質の焼結体により、十分な折れ強度と良好な塗布感を同時に満たす棒状化粧料が得られるということである。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】 前記、特開昭 61-176513 号公報の請求項に開示された発明では、棒状化粧料が有すべき所望の色調や品質を得ることができない。良好な塗布感と十分な折れ強度とを同時に満たすためには、気孔率の調整が不可欠であるが、気孔率の調整は、該公報中の記載にあるような焼結処理時の温度や粘土と粉末状の顔料の使用割合をかえることだけでは、記載にあるような好ましい 50～90%程度の気孔率の焼結体を得ることは非常に困難である。このような範囲の気孔率を得るためには、該公報中の実施例に記載されているように、成形のために添加される各種の樹脂などの賦形剤や成形助剤などを焼結処理時に、酸化雰囲気中で燃焼させて除去したり、不活性雰囲気中で解重合させて除去するなどすることにより気孔を形成させるか、或いは前記特開昭 61-197507 号公報に開示されているような気孔形成剤を使用することにより、気孔を意図的に形成させる手段が必要になる。

【0007】 ところが、焼結処理時に成形のために添加される各種樹脂を酸化性雰囲気中で燃焼させて除去する方法では、着色顔料も焼結処理時に、酸化されてしまうため、例えば黒色顔料の鉄黒、カーボンブラック、チタンブラックのような酸化され易い着色顔料を使用した場合には変色、退色してしまい、所望の色調が出せなくなる。また、不活性雰囲気中で解重合させて除去する方法では、各種樹脂等が実際には炭化物となり、棒状化粧料内に残存してしまい、完全に除去することは非常に困難である。その結果、棒状化粧料は黒ずんでしまい、所望の色調が出せなくなる。また、ポリメチルメタクリレー

ト等の比較的炭化物を残しにくい樹脂を使用した場合であっても、僅かながら棒状化粧料内に炭化物が残存し、これを完全に除去するためには、結果的には酸化性雰囲気中で燃焼させる方法を用いなければならない。しかも、これらの炭化物は所望の色調を出すための妨げになるばかりか、変異原性物質も生成しており、さらにポリメチルメタクリレートを解重合させた際には、発生するモノマーは非常に毒性が高く、化粧料としての安全性にも非常に問題がある。

【0008】前記特開昭61-197507号公報に開示されるような、気孔形成剤を使用し、気孔形成剤を焼結処理後に薬品処理することによって除去する方法で気孔を形成させる方法は、上記に示したような炭化物が残存する心配はないが、棒状化粧料内から気孔形成材を薬品処理によって除去することは非常に困難であり、実際には、このような方法で気孔形成材を除去する場合には、薬品により気孔形成材を棒状化粧料から溶出させる方法を用いるため、棒状化粧料の形状がくずれ、形状を維持しながら気孔形成材を完全に除去することは、ほぼ不可能である。結果的には、棒状化粧料内に不純物として気孔形成材が残存する形になってしまうので、十分な気孔が形成されないばかりか、化粧料としての安全面での品質にも問題がある。

【0009】十分な色調を有する無機顔料の焼結体を得る方法として、特開昭52-97399号公報、特公昭53-13491号公報、特公昭57-50741号公報が提案されているが、これらはすべて、顔料または粉体を対象とするものであり、棒状化粧料を対象とするものではない。つまり、これらの方法を用いた場合には、十分な色調の化粧料用の粉体は得られるものの、粉体を棒状に成形させ、形状を維持させることは不可能であり、固形棒状化粧料を得ることはまったくできない。

【0010】固形棒状化粧料で、かつ種々の色調を得る方法として、特開昭61-225107号公報が提案されているが、この方法では熱処理により、色変化を生じさせるため、2種類以上の着色材が同時に含有される場合には、それぞれの着色材が各々特有の色変化を起こし、例えば鉄黒と弁柄で茶色を出そうとする際には、熱処理により鉄黒と弁柄が各々変色してしまい、所望の茶色にはなり得ない。つまり、熱処理により色を変える方法では、得られる色調には限界があり、棒状化粧料として必要な種々な色調を得ることは非常に困難である。

【0011】本発明の目的は、ベントナイト等の粘土を1~10重量%の少量使用し、焼結時に炭化物を全く残さないカオリン等の無機体質顔料と無機の着色顔料とを水で混練し、焼結することにより、十分な強度とパウダリーな肌への塗布感、所望の色調が同時に得られる固形化粧料を提供することである。

【0012】

【課題を解決するための手段】本発明者は、前記の課題

を解決するため鋭意研究した結果、結合材としてのワックス類を使用しないこと、結合材としてベントナイト等特定の粘土を少量使用すること、焼結時に炭化物を全く残さない無機体質顔料と無機着色顔料を使用し、焼結時に生じた細孔にシリコンオイル、油脂等を含浸させることによって解決し得ることを見出し、本発明を完成した。

【0013】すなわち本発明は①ベントナイト、スメクタイト、モンモリロナイト、ビーデライト、ノントロナイト、ヘクトライト及びサポナイトからなる群より選ばれた少なくとも1種を1~10重量%と、無機の体質顔料及び無機の着色顔料を必須成分とし、これら300~1,000℃の温度範囲の焼結により炭化物を全く残さない無機粉体及び水よりなる成形組成物を乾燥し該温度範囲で熱処理を施してなる棒状化粧料であり、②無機体質顔料としてカオリンを含む前記①記載の棒状化粧料であり、③気孔率が5~45%である前記①又は②記載の棒状化粧料であり、更に④前記①、②、③の何れかに記載の棒状化粧料にシリコンオイル、油脂、炭化水素よりなる群より選んだ少なくとも1種を含む油脂又はワックス類を含浸させてなる棒状化粧料である。

【0014】本発明においては、粘土として、ベントナイト、スメクタイト、モンモリロナイト、ビーデライト、ノントロナイト、ヘクトライト及びサポナイトからなる群から選ばれた少なくとも1種を1~10重量%使用する。これらは勿論300℃~1,000℃の焼結で炭化物を全く残さない。

【0015】無機の体質顔料としては、カオリン、炭酸カルシウム、マイカ、窒化ホウ素、球状シリカ、タルクなどを挙げるができる。これらも勿論300~1,000℃の焼結で炭化物を全く残さない。

【0016】無機の着色顔料としては、酸化チタン、鉄黒、カーボンブラック、酸化クロム、群青、弁柄などを挙げるができる。これらも不活性雰囲気であれば、300℃~700℃の焼結で、色の変化を起さないし、炭化物を発生させることもない。顔料の色の変化を避ける意味からは700℃以下の焼結が好ましい。

【0017】焼結温度範囲は300℃~1,000℃であるが、望ましくは400℃~800℃、更に望ましくは500℃~700℃である。

【0018】本発明の棒状化粧料では、成形焼結後、5~45%の気孔を生ずる。気孔が5%より少ないと、棒状化粧料が硬くなり、パウダリーで良好な塗布感が得られない。気孔が45%より多くなると、粘土類が1~10重量%であるので曲げ強度が低くなる。気孔率として、好ましい範囲は15~30%である。

【0019】本発明の棒状化粧料では、結合材としてワックス類は全く使用しないが、焼結後、肌への塗布感をよくするために、気孔にシリコンオイルや各種油脂、炭化水素類などの油脂やワックス類を含浸することは差

支えなく、むしろ肌への塗布感上好ましい。

【0020】

【作用】本発明の棒状化粧料は、結合材として肌に塗布時に油っぽく、温度で軟化するワックス類を全く使用せず特定の粘土を1～10重量%と少量使用し、曲げ強度が小さくなる傾向に対し、焼結により酸化除去されたり、解重合されたりする樹脂類を全く使用せず、即ち気孔率を50～90%と大きくするための焼結後炭化物を残す結合材を全く使用せず、その代りに気孔率を5～45%と少なくして、曲げ強度を確保し、色調の変化を防*10

ベントナイト

カオリン

窒化ホウ素

酸化チタン

上記配合材料をミキサーで様に混合し、精製水20部を加え、ロール機で混練後、押出成形機により直径2.2mmの棒状物に成形し、150℃で2時間乾燥し、水分を完全に除去した。乾燥した棒状物をセラミックス製容器に並べ、容器内の雰囲気気を完全に窒素ガスに置換した。これを電気炉により不活性雰囲気下で、650℃で201時間保持して、熱処理を施した。冷却後、得られた棒状物は肌に塗布した際、パウダリーでかつ良好な塗布感を有する白色の棒状物が得られた。これをシリコンオイル中に浸漬させ、1時間放置後取りだし、遠心分離機※

サポナイト

カオリン

炭酸カルシウム

マイカ

鉄黒

酸化チタン

精製水

上記の配合材料を用い、実施例1と同様に、気孔率20%の濃灰色の棒状物が得られた。★

サポナイト

カオリン

窒化ホウ素

カーボンブラック

弁柄

精製水

上記の配合材料を用い、実施例1と同様に、気孔率40☆18%の茶褐色の棒状物が得られた。☆

モンモリロナイト

カオリン

球状シリカ

酸化クロム

酸化チタン

精製水

上記の配合材料を用い、実施例1と同様に、気孔率◆22%の淡緑色の棒状物が得られた。◆

ベントナイト

*ぐと共にパウダリーで良好な塗布感を得た棒状化粧料である。塗布感をよくするため、気孔に少量の油脂、ワックスを含浸させることは差支えない。

【0021】

【実施例】以下に実施例によって、本発明を更に具体的に説明するが、本発明はこの実施例によって何等限定されるものではない。実施例において、単に部とあるものは、重量部を示す。

【0022】 (実施例1)

8部

50部

12部

30部

※により余分なシリコンオイルを除去した。これを長さ40mmに切断した。なおシリコンオイル含浸前の棒状物の気孔率は25%であった。

【0023】 (注) 気孔率の測定は、置換法によって測定した(20℃)。即ち、棒状物の体積をV、重量をW、水を含浸後の棒状物の重量をW'、水の密度をρとしたとき、

$$\text{気孔率} = 100 \times (W' - W) / \rho V (\%)$$

【0024】 (実施例2)

4部

26部

25部

25部

10部

10部

50部

★【0025】 (実施例3)

5部

45部

20部

10部

20部

40部

40☆【0026】 (実施例4)

2部

47部

20部

10部

20部

40部

◆【0027】 (実施例5)

6部

7	
カオリン	54部
タルク	20部
群青	20部
精製水	40部

上記の配合材料を用い、実施例1と同様にして、気孔率23%の淡緑色の棒状物が得られた。

*【0028】(比較例1) …従来のワックス主体の芯の例。

ミツロウ	20部
オゾケライト	10部
マイクロクリスタリンワックス	10部
カルナバロウ	8部
ワセリン	7部
ラノリン	5部
流動パラフィン	7部
ミリスチン酸イソプロピル	4部

上記の配合材料を溶解し、これに鉄黒10部と弁柄19部を加えて、攪拌、分散後にミキサーで混練、室温まで冷却した後、押出成形機により2.2mmの茶褐色の棒状物

※物に成形し、長さ40mmに切断し、棒状物を得た。

【0029】(比較例2) …ベントナイトを10重量%超使用した例。

ベントナイト	20部
カオリン	50部
カーボンブラック	10部
弁柄	20部

上記の配合材料を用い、実施例1と同様にして茶褐色の棒状物を得た。

★【0030】(比較例3) …特開昭61-176513号公報、ポリメチルメタクリレートを使用した例。

ベントナイト	20部
酸化チタン	60部
ポリメチルメタクリレート	30部
ジオクチルフタレート	30部
メチルエチルケトン	100部

上記配合材料をミキサー及びロール機で混練後、250℃に加熱してメチルエチルケトンとジオクチルフタレートを十分に除去し、これを230℃に加熱しながら押出成形機により直径2.2mmの棒状物に成形し、これを電気炉により非酸化性雰囲気下、300℃までは徐々に昇温しながら、最高温度800℃で1時間保持して熱処理☆

☆を施した。冷却後、得られたものは淡灰色の棒状物であった。これをシリコンオイル中に浸漬させ、1時間放置後取り出し、遠心分離機により余分なシリコンオイルを除去した。これを長さ40mmに切断した。

【0031】(比較例4) …特開昭61-197507号公報、気孔形成材を使用した例。

ベントナイト	20部
弁柄	20部
鉄黒	10部
カーボンブラック	30部
ポリメチルメタクリレート	30部
ジオクチルフタレート	30部
メチルエチルケトン	100部

上記配合材料を用い、比較例3における、800℃までの熱処理を非酸化性雰囲気を酸化性雰囲気に変えた以外は、比較例3と同様にして褐色の棒状物を得た。

【0032】以上の実施例1～5、比較例1～4で得られた棒状物について、曲げ強さ、肌への塗布感、色調変化について、次の評価方法によって評価した。

(曲げ強さ) 30℃において、両支点間(支点間距離2mm)に支持した直径d(mm)の棒状物の中央部に毎分10mmの速さで加重を加え、折損したときの荷重P(g

f) から曲げ強さを次式により算出した。なお、荷重を加える先端及び両支点の先端の形状は、半径(R)約0.2mmの半円形である。

$$\text{曲げ強さ} = 8 \times P \times 22 / \pi d^2 \text{ (gf/mm}^2\text{)}$$

【0033】(肌への塗布感) 棒状化粧料を肌へ塗布した時の使用感について、20名の女性パネラーにより、以下の基準により4段階の官能評価を行い、その平均値をとった。

◎: 良好、○: やや良好、▲: 硬過ぎ、▼: 柔らか過ぎ

【0034】(色調変化)熱処理による色調の変化について、熱処理前後の棒状化粧料を肌に塗布し、それぞれの色調の変化について、3段階の官能評価を行った。

○：全く変化は見られない。

△：色調に変化が*

* 見られる。×：完全に色調が変化している。

【0035】

【表1】

	曲げ強さ(gf/mm ²)	肌への塗布感	色 調 変 化
実施例1	760	○	○
2	430	◎	○
3	560	◎	○
4	400	◎	○
5	520	◎	○
比較例1	150	▼	○
2	1080	▲	○
3	460	○	△
4	410	○	×

【0036】表1より、各実施例で得られたものは、肌への塗布感、色調変化において、いずれも良好であるのに対し、比較例1では曲げ強度が実施例のものに比べて半分以下であり、肌への塗布感も柔かすぎる。比較例2では、硬すぎ、肌に塗布できなかった。比較例3では、炭化物が残っているため、色調がくすんでしまっていた。比較例4では、着色材が酸化されてしまい、完全に色調が変化してしまっていた。このように、本発明による棒状化粧料は形状維持特性にも優れ、十分な色調を表

※現できる。使用感もパウダリーで良好な固形棒状化粧料である。

【0037】

【発明の効果】本発明では、焼結時に炭化物を残す結合剤を全く使用せず、ベントナイト等の粘土を1～10重量%と少量使用し、従って気孔率を5～45%と少なくすることにより、十分な強度とパウダリーな肌への塗布感、所望の色調を同時に達成した固形棒状化粧料を得ることができた。

【手続補正書】

【提出日】平成7年1月25日

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0020

【補正方法】変更

【補正内容】

【0020】

【作用】本発明の棒状化粧料は、結合材として肌に塗布時に油っぽく、温度で軟化するワックス類を全く使用せず特定の粘土を1～10重量%と少量使用し、曲げ強度が小さくなる傾向に対し、焼結により酸化除去されたり、解重合されたりする樹脂類を全く使用せず、即ち気★

ベントナイト

カオリン

タルク

群青

精製水

上記の配合材料を用い、実施例1と同様にして、気孔率23%の青色の棒状物が得られた。

【手続補正3】

【補正対象書類名】明細書

★孔率を50～90%と大きくするための焼結後炭化物を残す結合材を全く使用せず、その代りに気孔率を5～45%と少なくして、曲げ強度を確保し、色調の変化を防ぐと共に安全性に富んだパウダリーで良好な塗布感を得た棒状化粧料である。塗布感をよくするため、気孔に少量の油脂、ワックスを含浸させることは差支えない。

【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0027

【補正方法】変更

【補正内容】

【0027】(実施例5)

6部

54部

20部

20部

40部

【補正対象項目名】0032

【補正方法】変更

【補正内容】

【0032】以上の実施例1～5、比較例1～4で得ら

れた棒状物について、曲げ強さ、肌への塗布感、色調変化について、次の評価方法によって評価した。

(曲げ強さ) 30℃において、両支点間(支点間距離22mm)に支持した直径d(mm)の棒状物の中央部に毎分10mmの速さで加重を加え、折損したときの荷重P(g

f)から曲げ強さを次式により算出した。なお、荷重を加える先端及び両支点の先端の形状は、半径(R)約0.2mmの半円形である。

曲げ強さ = $8 \times P \times 22 / \pi d^3$ (gf/mm²)